

F1

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-252045

(P 2 0 0 0 - 2 5 2 0 4 5 A)

(43) 公開日 平成12年9月14日 (2000.9.14)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコード (参考)
H05B 3/20	393	H05B 3/20	393 3K034
3/06		3/06	B 3K092

審査請求 未請求 請求項の数4 O L (全8頁)

(21) 出願番号 特願平11-51773

(22) 出願日 平成11年2月26日 (1999.2.26)

(71) 出願人 000221122

東芝セラミックス株式会社

東京都新宿区西新宿七丁目5番25号

(72) 発明者 村松 滋子

神奈川県泰野市曾屋30番地 東芝セラミックス株式会社開発研究所内

(72) 発明者 青沼 伸一郎

神奈川県泰野市曾屋30番地 東芝セラミックス株式会社開発研究所内

(74) 代理人 100064296

弁理士 高 雄次郎

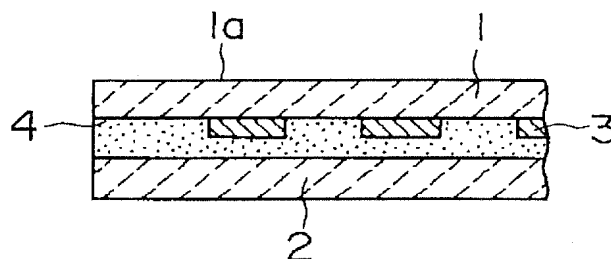
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 プレートヒーターとその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 極めて均一な加熱を可能とし得るプレートヒーターを提供する。

【解決手段】 粒界成分が酸化イットリウムアルミニウム相のA I N焼結体からなるカバープレート1とベースプレート2が発熱回路3を介しA I Nと酸化イットリウムアルミニウムを主成分とする接合剤層4によって接合され、カバープレートの加熱面1 aの平面度が20 μ m以下で、発熱回路と加熱面の間隔の最大値と最小値の差が50 μ m以下である。



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 粒界成分が酸化イットリウムアルミニウム相の A 1 N 焼結体からなるカバープレートとベースプレートが発熱回路を介在し A 1 N と酸化イットリウムアルミニウムを主成分とする接合剤層によって接合され、カバープレートの加熱面の平面度が $20\ \mu\text{m}$ 以下で、発熱回路と加熱面の間隔の最大値と最小値の差が $50\ \mu\text{m}$ 以下であることを特徴とするプレートヒーター。

【請求項 2】 粒界成分が酸化イットリウムアルミニウム相の A 1 N 焼結体からなるカバー用プレート及びベース用プレートにおけるカバー用プレートの一方の面又はベース用プレートの一方の面のいずれかに研削加工を施して平面度 $10\ \mu\text{m}$ 以下とし、この一方の面に発熱回路用ペーストを発熱回路パターンで塗布し、かつ、その面の残余部分に A 1 N 粉末 100 重量部、 Y_2O_3 換算で Y 化合物粉末 $0.5 \sim 30$ 重量部及び Li_2O 換算で Li 化合物粉末が上記 Y_2O_3 換算量に対し外率で $0.1 \sim 100\ \text{wt}\%$ の混合粉末からなる接合剤をペースト状として塗布する一方、残る面に研削加工を施して平面度 $10\ \mu\text{m}$ 以下とし、この一方の面に前記ペースト状とした接合剤を塗布した後、両プレートを一方の面同士が当接するように平行に積層して不活性ガス又は真空雰囲気において 1550°C 以上 1850°C 未満の温度で熱処理し、しかる後に、カバー用プレートの他方の面に研削加工を施してカバー用プレートの一方の面と平行で平面度 $20\ \mu\text{m}$ 以下とすることを特徴とするプレートヒーターの製造方法。

【請求項 3】 粒界成分が酸化イットリウムアルミニウム相の A 1 N 焼結体からなるカバー用プレート及びベース用プレートにおけるカバー用プレートの一方の面又はベース用プレートの一方の面のいずれかに研削加工を施して平面度 $10\ \mu\text{m}$ 以下とし、この一方の面に発熱回路用ペーストを発熱回路パターンで塗布し、かつ、その面の残余部分に A 1 N 粉末 100 重量部、 Y_2O_3 換算で Y 化合物粉末 $0.5 \sim 30$ 重量部及び Li_2O 換算で Li 化合物粉末が上記 Y_2O_3 換算量に対し外率で $0.1 \sim 100\ \text{wt}\%$ の混合粉末からなる接合剤をペースト状として塗布し、又、それらの上に前記ペースト状とした接合剤を塗布する一方、残る面に研削加工を施して平面度 $10\ \mu\text{m}$ 以下とした後、両プレートを一方の面同士が当接するように平行に積層して不活性ガス又は真空雰囲気において 1550°C 以上 1850°C 未満の温度で熱処理し、しかる後に、カバー用プレートの他方の面に研削加工を施してカバー用プレートの一方の面と平行で平面度 $20\ \mu\text{m}$ 以下とすることを特徴とするプレートヒーターの製造方法。

【請求項 4】 粒界成分が酸化イットリウムアルミニウム相の A 1 N 焼結体からなるカバー用プレート及びベース用プレートにおけるカバー用プレートの一方の面又はベース用プレートの一方の面のいずれかに研削加工を施

して平面度 $10\ \mu\text{m}$ 以下とし、この一方の面に発熱回路ペーストを発熱回路パターンで塗布し、かつ、その面の残余部分及び発熱回路用ペーストを覆うようにして A 1 N 粉末 100 重量部、 Y_2O_3 換算で Y 化合物粉末 $0.5 \sim 30$ 重量部及び Li_2O 換算で Li 化合物粉末が上記 Y_2O_3 換算量に対し外率で $0.1 \sim 100\ \text{wt}\%$ の混合粉末からなる接合剤をペースト状として塗布する一方、残る面に前記発熱回路用ペースト等の塗布部と係合可能な凹部を形成し、かつ、この残る面及び凹部の底面に研削加工を施して互いに平行で平面度 $10\ \mu\text{m}$ 以下とした後、両プレートを発熱回路用ペースト等の塗布部と凹部が係合するように平行に積層して不活性ガス又は真空雰囲気において 1550°C 以上 1850°C 未満の温度で熱処理し、しかる後に、カバー用プレートの他方の面に研削加工を施してカバー用プレートの一方の面と平行で平面度 $20\ \mu\text{m}$ 以下とすることを特徴とするプレートヒーターの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、半導体製造装置等に使用される A 1 N (窒化アルミニウム) 焼結体からなるプレートヒーターとその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 従来、この種のプレートヒーターとしては、A 1 N 焼結体からなるプレート中に W (タングステン) からなる発熱回路を埋設したもの (特開平 7-326655 号公報参照)、又は A 1 N 焼結体からなるプレート中に W 等の金属からなるスパイラル状の抵抗発熱体を埋設したもの (特開平 5-101871 号公報参照) が知られている。前者のものは、A 1 N 粉末に Y_2O_3 (イットリア) を添加、混合した原料をシート状に形成し、2 枚のグリーンシート的一方に発熱回路用ペーストを塗布すると共に、他方のグリーンシートをその上に積層し、積層体を窒素ガス雰囲気において 1750°C の温度で焼成して製造される。又、後者のものは、原料粉末を成形する時点で内部にスパイラル状の抵抗発熱体を入れ、脱脂、焼成し、あるいはホットプレスを行って製造されるものである。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】 しかし、従来のいずれかのプレートヒーターも、加熱面の平面度が低下し、かつ、発熱回路又は抵抗発熱体と焼結体表面の加熱面との間の距離のばらつきが大きくなり、加熱面における加熱温度のむらを生じ、均一な加熱が困難になる不具合がある。これは、いずれのプレートヒーターの製造方法においても、成形体の形成時点で発熱回路又は抵抗発熱体を埋設しており、この成形体の焼成に伴って反り等の変形を生じるためだと考えられる。又、たとえ、変形の生じたプレートヒーターの加熱面に研削加工を施し、平面度を改善したとしても、発熱回路又は抵抗発熱体と加熱面

との間の距離のばらつきは解消されず、加熱面における加熱温度のむらを生じる。そこで、本発明は、極めて均一な加熱を可能とし得るプレートヒーターとその製造方法を提供することを目的とする。

【 0 0 0 4 】

【課題を解決するための手段】前記課題を解決するため、本発明のプレートのヒーターは、粒界成分が酸化イットリウムアルミニウム相の A 1 N 焼結体からなるカバープレートとベースプレートが発熱回路を介在し A 1 N と酸化イットリウムアルミニウムを主成分とする接合剤層によって接合され、カバープレートの加熱面の平面度が 2 0 μ m 以下で、発熱回路と加熱面の間隔の最大値と最小値の差が 5 0 μ m 以下であることを特徴とする。第 1 のプレートヒーターの製造方法は、粒界成分が酸化イットリウムアルミニウム相の A 1 N 焼結体からなるカバー用プレート及びベース用プレートにおけるカバー用プレートの一方の面又はベース用プレートの一方の面のいずれかに研削加工を施して平面度 1 0 μ m 以下とし、この一方の面に発熱回路用ペーストを発熱回路パターンで塗布し、かつ、その面の残余部分に A 1 N 粉末 1 0 0 重量部、Y₂ O₃ 換算で Y (イットリウム) 化合物粉末 0 . 5 ~ 3 0 重量部及び L i₂ O (酸化リチウム) 換算で L i (リチウム) 化合物粉末が上記 Y₂ O₃ 換算量に対し外率で 0 . 1 ~ 1 0 0 w t % の混合粉末からなる接合剤をペースト状として塗布する一方、残る面に研削加工を施して平面度 1 0 μ m 以下とし、この一方の面に前記ペースト状とした接合剤を塗布した後、両プレートを一方の面同士が当接するように平行に積層して不活性ガスまたは真空雰囲気において 1 5 5 0 °C 以上 1 8 5 0 °C 未満の温度で熱処理し、しかる後に、カバー用プレートの他方の面に研削加工を施してカバー用プレートの一方の面と平行で平面度 2 0 μ m 以下とすることを特徴とする。第 2 のプレートヒーターの製造方法は、粒界成分が酸化イットリウムアルミニウム相の A 1 N 焼結体からなるカバー用プレート及びベース用プレートにおけるカバー用プレートの一方の面又はベース用プレートの一方の面のいずれかに研削加工を施して平面度 1 0 μ m 以下とし、この一方の面に発熱回路用ペーストを発熱回路パターンで塗布し、かつ、その面の残余部分に A 1 N 粉末 1 0 0 重量部、Y₂ O₃ 換算で Y 化合物粉末 0 . 5 ~ 3 0 重量部及び L i₂ O 換算で L i 化合物粉末が上記 Y₂ O₃ 換算量に対し外率で 0 . 1 ~ 1 0 0 w t % の混合粉末からなる接合剤をペースト状として塗布し、又、それらの上に前記ペースト状とした接合剤を塗布する一方、残る面に研削加工を施して平面度 1 0 μ m 以下とした後、両プレートを一方の面同士が当接するように平行に積層して不活性ガス又は真空雰囲気において 1 5 5 0 °C 以上 1 8 5 0 °C 未満の温度で熱処理し、しかる後に、カバー用プレートの他方の面に研削加工を施してカバー用プレートの一方の面と平行で平面度 2 0 μ m 以下とすること

を特徴とする。又、第 3 のプレートヒーターの製造方法は、粒界成分が酸化イットリウムアルミニウム相の A 1 N 焼結体からなるカバー用プレート及びベース用プレートにおけるカバー用プレートの一方の面又はベース用プレートの一方の面のいずれかに研削加工を施して平面度 1 0 μ m 以下とし、この一方の面に発熱回路ペーストを発熱回路パターンで塗布し、かつ、その面の残余部分及び発熱回路用ペーストを覆うようにして A 1 N 粉末 1 0 0 重量部、Y₂ O₃ 換算で Y 化合物粉末 0 . 5 ~ 3 0 重量部及び L i₂ O 換算で L i 化合物粉末が上記 Y₂ O₃ 換算量に対し外率で 0 . 1 ~ 1 0 0 w t % の混合粉末からなる接合剤をペースト状として塗布する一方、残る面に前記発熱回路用ペースト等の塗布部と係合可能な凹部を形成し、かつ、この残る面及び凹部の底面に研削加工を施して互いに平行で平面度 1 0 μ m 以下とした後、両プレートを発熱回路用ペースト等の塗布部と凹部が係合するように平行に積層して不活性ガス又は真空雰囲気において 1 5 5 0 °C 以上 1 8 5 0 °C 未満の温度で熱処理し、しかる後に、カバー用プレートの他方の面に研削加工を施してカバー用プレートの一方の面と平行で平面度 2 0 μ m 以下とすることを特徴とする。

【 0 0 0 5 】粒界成分が酸化イットリウムアルミニウム相の A 1 N 焼結体は、例えば、A 1 N 粉末に Y 化合物粉末、適量の有機バインダー (P V B) 及び有機溶媒 (メタノール) を添加してボールミル中で混合し、得られたスラリーをスプレードライヤーを用いて造粒した後、造粒粉を成形して成形体を得 (例えば、一軸金型成形し、更に、静水圧プレスで加圧して成形体を得ることができる)、しかる後に、成形体を空气中又は非酸化性雰囲気において脱脂し (例えば、4 0 0 °C 以上の温度で行うことができる)、非酸化性雰囲気 (不活性ガス又は真空雰囲気) において 1 8 0 0 ~ 2 0 0 0 °C の温度 (好ましくは 1 8 5 0 ~ 1 9 0 0 °C) で焼成して得られる。Y 化合物粉末は、A 1 N 粉末 1 0 0 重量部に対し、Y₂ O₃ 換算で 0 . 5 ~ 2 0 重量部添加することが好ましい。Y 化合物粉末の添加量が、A 1 N 粉末 1 0 0 重量部に対し、Y₂ O₃ 換算で 0 . 5 重量部未満であると、液相成分が不足し緻密な焼結体を得難い。一方、2 0 重量部を越えると、未反応の焼結助剤が残存するおそれがある。Y 化合物としては、後述する接合剤に用いられるものと同様のものを用いることができる。又、後述するように接合剤に含まれる L i 化合物は蒸発し、接合体 (プレートヒーター) 中には残留しないため (残留したとしても数 p p m に抑えられる)、A 1 N 焼結体に含まれる L i 量を低減することにより、得られるプレートヒーターの L i 含有量を 1 0 p p m 以下に抑えることができる。

【 0 0 0 6 】カバープレートの加熱面の平面度 (J I S B 0 6 2 1 - 1 9 8 4) が 2 0 μ m 以下、発熱回路と加熱面の間隔の最大値と最小値の差が 5 0 μ m 以下であることにより、加熱面温度の最大値と最小値の差が極め

て小さくなる。加熱面の平面度が $20\mu\text{m}$ を超え、間隔の最大、最小値の差が $50\mu\text{m}$ を超えると、加熱面温度の最大、最小値の差が大きくなる。ここで、加熱面温度の最大値と最小値の差(温度むらの程度)は、加熱面の設定温度によって変化し、設定温度が低いほど加熱面温度の最大値と最小値の差は小さく、高いほど加熱面温度の最大値と最小値の差は大きくなる。本発明によれば設定温度が 300°C 以下の場合には加熱面温度の最大値と最小値の差が 1°C 以下となり、設定温度が $300\sim600^\circ\text{C}$ の場合には加熱面温度の最大値と最小値の差が 2°C 以下となり、設定温度が 600°C を越える場合でも加熱面温度の最大値と最小値の差を 5°C 以下に抑えることができる。又、平面度が $20\mu\text{m}$ を超えると、被加熱物が加熱面と均一に接触することができず、被加熱物を均一に加熱できないという不具合も生じる。好ましい平面度は、 $10\mu\text{m}$ 以下、又、好ましい間隔の最大、最小値の差は、 $35\mu\text{m}$ 以下である。ただし、プレートヒーターの加熱面の面積が大きくなる程、加熱面の平面度を小さく加工することが困難となり、8インチサイズ以下のプレートヒーターの場合には $10\mu\text{m}$ 以下とする加工は容易にできるが、8インチを越えるサイズのプレートヒーターの場合には、平面度 $10\mu\text{m}$ を超えて $20\mu\text{m}$ 以下とする加工は容易にできるものの、平面度 $10\mu\text{m}$ 以下の加工は困難となる。

【0007】後述する熱処理前のカバー用プレートの一方の面の平面度が $10\mu\text{m}$ 以下となるように研削加工を行う。熱処理前のカバー用プレートの一方の面の平面度が $10\mu\text{m}$ を超えると、カバー用プレートの一方の面にペースト状とした接合剤や発熱回路用ペーストを塗布する場合には、均一な厚みで塗布することができず、発熱回路と加熱面の間隔の最大値と最小値の差が大きくなってしまふ。又、塗布しない場合でも、発熱回路と加熱面の間隔の最大値と最小値の差を大きくする要因となり、かつ、接合剤層とカバー用プレートの一方の面との間にわずかな隙間が生じ、両者の密着性が低下するといった不具合も生じることとなる。好ましい平面度は、 $8\mu\text{m}$ 以下である。又、カバー用プレートの一方の面に後述する発熱回路用ペースト等の塗布部と係合可能な凹部が形成されている場合には、一方の面(凹部を除く面)及び凹部の底面の平面度を $10\mu\text{m}$ 以下となるように研削加工を行う。一方の面及び凹部底面の平面度が $10\mu\text{m}$ を超えると、発熱回路と加熱面の間隔の最大値と最小値の差を大きくする要因となり、かつ、接合剤層とカバー用プレートの一方の面や凹部の底面との間にわずかな隙間が生じ、両者の密着性が低下するといった不具合も生じることとなる。好ましい平面度は $8\mu\text{m}$ 以下である。更に、熱処理前のカバー用プレートの他方の面にも研削加工を施して一方の面と平行で平面度 $10\mu\text{m}$ 以下としておくことが好ましい。更に又、カバー用プレートの一方の面(前記凹部を形成する場合には凹部の底面も)の表

面粗さを $Ra=0.2\sim1.0\mu\text{m}$ 、 $Rmax=2\sim8\mu\text{m}$ としておくことが好ましい。カバー用プレートの一方の面に発熱回路用ペーストを塗布する場合に、 $Ra<0.2\mu\text{m}$ 、 $Rmax<2\mu\text{m}$ であると、発熱回路の剥離が生じるおそれがある一方、 $Ra>1.0\mu\text{m}$ 、 $Rmax>8\mu\text{m}$ であると、発熱回路の形成に不具合を生じる。また、発熱回路用ペーストを塗布しない場合でも、表面粗さを上記範囲とすることにより接合剤層とカバー用プレートの一方の面や凹部の底面との密着性を向上させることができる。

【0008】発熱回路用ペーストは、導電性粉末にペースト用有機溶剤(例えば、ブチルカルビトール、アクリル樹脂及びフタル酸ジブチルの混合物)を添加して調製され、 $200\sim500$ ポイズの粘度が好ましい。粘度が、 200 ポイズ未満であると、塗布物がだれる(形を保てない)。一方、 500 ポイズを超えると、塗布が良好に行われず、スクリーン印刷の場合、スクリーンにペーストが残留し、転写が行われない。導電性粉末としては、W、モリブデン(Mo)、タンタル(Ta)、銀(Ag)、白金(Pt)等の金属粉末若しくはそれらの混合物又は導電性セラミックスを用いることができるが、AlNと熱膨張率が最も近いWが発熱回路剥離防止の観点から好ましい。又、Wには、Mo(モリブデン)、Ni(ニッケル)及びCo(コバルト)粉末の1種以上を添加することが好ましく、このようにすることにより、低温接合においてAlN焼結体との密着性を向上できる。ペーストの塗布は、発熱回路の厚みが均一となるように行われなければならない、スクリーン印刷によるのが望ましい。

【0009】接合剤は、その使用時にLi化合物が、先ず、Y又はAl(アルミニウム)と複合酸化物を作り、その複合酸化物から酸化イットリウムアルミニウム相(ほとんど YAl_2O_3 ($Y: Al_2O_3$)だが、 $YAM(2Y_2O_3 \cdot Al_2O_3$ 又は $Y_4Al_2O_9$)、 $YAP(Y_2O_3 \cdot Al_2O_3$ 又は $YAlO_3$ 等を含む。)を生成し、その融点を低下させる。又、Li化合物は、高温で高蒸気圧を有するため、酸化イットリウムアルミニウム相生成後、接合部分から蒸発し、接合体中に残留しない。このため、AlN焼結体からなるカバー用プレートとベース用プレートが 1850°C 未満の温度で従来と同等の純度で接合され、又、両プレートに変形を生じない。

【0010】AlN粉末は、 $0.1\sim10\mu\text{m}$ の粒径であることが望ましく、このようにすることにより、Y化合物粉末、Li化合物粉末の存在のいかにかわらず、低温での接合強度が向上する。又、AlN粉末の粒径が、 $0.1\mu\text{m}$ 未満であると、ペーストの粘性が上がり易く、ペースト化が困難となる。一方、 $10\mu\text{m}$ を超えると、緻密な接合剤層の形成が困難となり、接合強度が低下するおそれがある。より好ましい粒径は、 0.4

7
～2.9 μmである。

【0011】Y化合物としては、 Y_2O_3 、YF（フッ化イットリウム）、YAG又は Y_2O_3 と Al_2O_3

（アルミナ）をYAGとなる配合比で混合した混合物が用いられる。 Y_2O_3 換算でY化合物粉末の添加量が、0.5重量部未満であると、液相成分が不足して接合できない。一方、30重量部を超えると、接合できない。好ましい添加量は、1～10重量部である。Y化合物粉末は、0.1～50 μmの粒径であることが望ましく、このようにすることによって、ペースト中での分散性が向上する。又、Y化合物粉末の粒径が、0.1 μm未満であると、ペーストの粘性が上がり易く、ペースト化が困難となる。一方、50 μmを超えると、ペースト中で粉末が沈降し易くなり分散性が低下し、かつ、スクリーン印刷によりペースト状とした接合剤を塗布する際に使用するスクリーンのメッシュが限定される。より望ましい粒径は、0.1～10 μmである。

【0012】Li化合物としては、 Li_2O 、 Li_2CO_3 （炭酸リチウム）、LiF（フッ化リチウム）、 $LiNO_3$ （硝酸リチウム）、 $LiOH$ （水酸化リチウム）、 $LiCl$ （塩化リチウム）、 $LiCH_3COO$ （酢酸リチウム）、Yとの複合酸化物及びAlとの複合酸化物の1種以上が用いられる。 Li_2O 換算でLi化合物粉末の添加量が、前述した Y_2O_3 換算量の0.1 wt %未満であると、1850℃未満の温度での接合ができない。一方、100 wt %を超えると、接合できない。好ましい添加量は、5～50 wt %である。Li化合物粉末は、0.1～50 μmの粒径であることが望ましく、このようにすることによって、ペースト中での分散性が向上する。又、Li化合物粉末の粒径が、0.1 μm未満であると、ペーストの粘性が上がり易く、ペースト化が困難となる。一方、50 μmを超えると、ペースト中で粉末が沈降し易くなり分散性が低下し、かつ、スクリーン印刷によりペースト状とした接合剤を塗布する際に使用するスクリーンのメッシュが限定される。より望ましい粒径は、0.1～10 μmである。なお、 $LiCl$ や $LiNO_3$ 、 $LiOH$ 、 $LiCH_3COO$ 等は、エタノールやアセトン等の有機溶媒に溶解するので、それらの有機溶剤可溶性Li化合物が有機溶媒に溶解した溶液と、Y化合物粉末及びAlN粉末とを混合し、溶媒を除去後、不活性ガス又は真空雰囲気において400～800℃の温度（800℃を超えるとLiが揮発し、低温接合が困難となるおそれがある。）で仮焼すると、それらが均一に混合した仮焼粉が得られ、接合剤となる。仮焼粉は、通常粉碎して使用される（好ましくは400メッシュ以下）。 $LiCl$ 、 $LiNO_3$ は、有機溶媒に対する溶解度が高くこの方法に適しており、特に $LiCl$ は潮解性を有し粉末での取り扱いが困難であるためこの方法が有効である。

【0013】接合剤をペースト状とするには、混合粉末

をペースト用有機溶剤（例えば、ブチルカルピトール、アクリル樹脂及びフタル酸ジブチルの混合物）に分散させて調製され、200～500ポイズの粘度が好ましい。粘度が、200ポイズ未満であると、塗布物がだれる（形を保てない）。一方、500ポイズを超えると、塗布が良好に行われず、スクリーン印刷の場合、スクリーンにペーストが残留し、転写が行われない。ペースト状とした接合剤の塗布は、接合剤層の厚みが均一となるように行われなければならない、スクリーン印刷によるのが望ましい。なお、ペースト用有機溶剤の除去は、用いた有機溶剤の特性に合わせて行えばよく、十分除去できる温度（例えば、400℃以上）で不活性ガス雰囲気（窒素ガス（ N_2 ）、アルゴンガス（Ar）等）で脱脂を行えばよい。

【0014】後述する熱処理前のベース用プレートの一方向の面の平面度が10 μm以下となるように研削加工を行う。熱処理前のカバー用プレートの一方向の面の平面度が10 μmを超えると、ベース用プレートの一方向の面にペースト状とした接合剤や発熱回路用ペーストを塗布する場合には、均一な厚みで塗布することができず、発熱回路と加熱面の間隔の最大値と最小値の差が大きくなってしまふ。又、塗布しない場合でも、発熱回路と加熱面の間隔の最大値と最小値の差を大きくする要因となり、かつ、接合剤層とベース用プレートの一方向の面との間にわずかな隙間が生じ、両者の密着性が低下するといった不具合も生じることとなる。好ましい平面度は、8 μm以下である。又、ベース用プレートの一方向の面に後述する発熱回路用ペースト等の塗布部と係合可能な凹部が形成されている場合には、一方の面（凹部を除く面）及び凹部の底面の平面度10 μm以下となるように研削加工を行う。一方の面及び凹部の底面の平面度が10 μmを超えると、発熱回路と加熱面の間隔の最大値と最小値の差を大きくする要因となり、かつ、接合剤層とベース用プレートの一方向の面や凹部の底面との間にわずかな隙間が生じ、両者の密着性が低下するといった不具合も生じることとなる。好ましい平面度は8 μm以下である。更に、熱処理前のベース用プレートの他方の面にも研削加工を施して一方の面と平行で平面度10 μm以下としておくことが好ましい。更に又、ベース用プレートの一方向の面（前記凹部を形成する場合には凹部の底面も）の表面粗さを $Ra=0.2\sim1.0\mu m$ 、 $Rmax=2\sim8\mu m$ としておくことが好ましい。ベース用プレートの一方向の面に発熱回路用ペーストを塗布する場合に、 $Ra<0.2\mu m$ 、 $Rmax<2\mu m$ であると、発熱回路の剥離が生じるおそれがある一方、 $Ra>1.0\mu m$ 、 $Rmax>8\mu m$ であると、発熱回路の形成に不具合を生じる。また、発熱回路用ペーストを塗布しない場合でも、表面粗さを上記範囲とすることにより接合剤層とベース用プレートの一方向の面や凹部の底面との密着性を向上させることができる。又、カバー用プレートの一方向の面又

はベース用プレート的一方の面に発熱回路用ペースト等の塗布部と係合可能な凹部が形成されている場合には、凹部の底面を加工する際に、カバー用プレート的一方の面又はベース用プレート的一方の面と凹部の底面が互いに平行となるようにする。カバー用プレート的一方の面又はベース用プレート的一方の面と凹部の底面が互いに平行でないと、加熱面と発熱回路の間隔の最大値と最小値の差を大きくする要因となり、かつ、接合剤層と凹部との間にわずかな隙間が生じ、両者の密着性が低下するといった不具合も生じることとなる。更に、カバー用プレート的一方の面又はベース用プレート的一方の面の発熱回路用ペーストを覆うペースト状とした接合剤の厚みは、その面の残余部分を覆うペースト状の接合剤と同等とすることが望ましい。カバー用プレート及びベース用プレートと一方の面同士が当接するように平行に積層する。カバー用プレート及びベース用プレートと一方の面同士が当接するように平行に積層しないと、加熱面と発熱回路の間隔の最大値と最小値の差が大きくなってしまふ。更に又、カバー用プレート的一方の面又はベース用プレートの方の面に発熱回路用ペースト等の塗布部と係合可能な凹部が形成されている場合には、カバー用プレート及びベース用プレートを発熱回路用ペースト等の塗布部と凹部が係合するように平行に積層する。カバー用プレート及びベース用プレートを発熱回路用ペースト等の塗布部と凹部が係合するように平行に積層しないと、加熱面と発熱回路の間隔の最大値と最小値の差が大きくなってしまふ。

【0015】不活性ガス雰囲気としては、Ar 雰囲気中やN₂ 雰囲気が用いられ、真空雰囲気としては、 $10^{-1} \sim 10^{-3}$ Torr の真空雰囲気が用いられる。Li 化合物の蒸発除去効果を上げるため、又、接合剤とAlN 焼結体からなる両プレートとの密着性を上げるため、真空雰囲気であることが好ましい。

【0016】熱処理温度が、1550℃未満であると、接合が行われない。一方、1850℃以上であると、AlN 焼結体である両プレートの変形が大きくなり、特に真空雰囲気の場合、AlN 焼結体の粒界成分の移動、蒸発を生じて所定形状の保持が困難となる。AlN 焼結体の変形量は、その大きさや厚みによって異なるため一概にいえませんが、例えば、直径150mm、厚み5mm、平面度10μmのAlN 焼結体を1850℃以上の熱処理温度で接合した場合、接合後の平面度が30倍の300μmになってしまう。これに対し、熱処理温度を1600℃とし他を同一条件で接合した後の平面度は30μm以下である。よって、熱熱処理温度は、1500℃以上1850℃未満とする。好ましい熱処理温度は、1650～1750℃である。この熱処理により、接合剤は焼結し、両プレート間にAlNと酸化イットリウムアルミニウムを主成分とする接合剤層を形成して両プレートと接合する。その結果、両プレートが強固に接合される

こととなる。又、接合剤層がAlNと酸化イットリウムアルミニウムを主成分としており、粒界成分が酸化イットリウムアルミニウム相のAlN 焼結体からなるプレートと同じ材質であるため、プレートと同様に熱を伝えることができ、加熱面における加熱温度のむらを生じない。更に、プレートと同様にフッ素系ガス等の腐食性ガスに対する耐食性や耐プラズマ性にも優れている。

【0017】なお、接合剤とAlN 焼結体からなる両プレートの密着性を高めるため、荷重をかけることが望ましい。ホットプレスによる加熱加圧でもよいが、6g/cm² 以上の荷重をかけられれば、ホットプレスに限定するものではない。又、接合に要する熱処理時間は、接合剤とAlN 焼結体が十分接合し、かつ、Li 化合物を十分除去し得ればよく、通常、1～10時間でよく、望ましくは1～5時間である。カバー用プレートの他方の面に研削加工を施す際には、カバー用プレートの方の面と平行となるようにする。カバー用プレートの方の面と他方の面が互いに平行でないと、加熱面と発熱回路の間隔の最大値と最小値の差が大きくなってしまふ。

【0018】

【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態について図面を参照して説明する。実施例1 図1は本発明に係るプレートヒーターの第1の実施形態を示す要部の概念図である。このプレートヒーターは、6インチサイズの大きさを有するもので、粒界成分が酸化イットリウムアルミニウム相のAlN 焼結体からなる直径150mm、厚み1mmのカバープレート1と直径150mm、厚さ5mmのベースプレート2が、Wからなる発熱回路3を介在してAlNと酸化イットリウムアルミニウムを主成分とする接合剤層4によって接合されると共に、発熱回路3の周辺に隙間を生じるのを防止するため、その周辺にもそれと同等の厚みで接合剤層4が形成され、カバープレート1の加熱面1aの平面度が20μm以下で、発熱回路3と加熱面1aの間隔の最大値と最小値の差が50μm以下となるように設けられている。

【0019】上記構成のプレートヒーターにおいては、加熱面1aの温度の最大値と最小値の差が極めて小さくなるので（例えば、加熱面設定温度が600℃の場合、 600 ± 1 ℃となり、最大値と最小値の差は2℃以下となる。）極めて均一な加熱を行うことができる。又、接合剤層4がAlNと酸化イットリウムアルミニウムを主成分としており、粒界成分が酸化イットリウムアルミニウム相のAlN 焼結体からなるプレートと同じ材質であるため、プレートと同様に熱を伝えることができ、加熱面における加熱温度のむらを生じない。

【0020】上述したプレートヒータを製造するには、まず、AlN粉末100重量部、Y₂O₃粉末1重量部、バインダーとしてPVB3重量部及び有機溶媒として適量のメタノールをボールミル中で17時間混合し、得られたスラリーをスプレードライヤーを用いて造粒し

た後、造粒粉を30MPaの圧力で一軸金型成形し、更に、100MPaの圧力で冷間静水圧プレスして成形体を得、しかる後に、成形体を空気中において600℃の温度で脱脂し、N₂ 雰囲気において1900℃の温度で焼成して直径150mmで、厚み2mmと5mmの円板状の2枚のAlN焼結体を得てそれぞれカバー用プレートとベース用プレートとし、両プレートの一方の面（接合面）及び他方の面、すなわち両面に研削加工を施し、両面が互いに平行で、Ra=0.65μm、Rmax=5.25μm、平面度10μmとした。次に、発熱回路用ペーストをW粉末にペースト用有機溶剤（ブチルカルビトール、アクリル樹脂、フタル酸ジブチルの混合物）を用いて300ポイズの粘度に調製し、この発熱回路用ペーストをカバー用プレートの一方の面にスクリーン印刷により後述する熱処理後の厚みが均一で20μmの厚みとなるように発熱回路パターンで塗布して乾燥した。一方、粒径0.4~2.9μmのAlN粉末100重量部に対し、粒径0.1~10μmのY₂O₃ 粉末3重量部及びY₂O₃ 粉末に対し外率で35wt%のLi₂O粉末を添加した混合粉末からなる接合剤をペースト用有機溶剤（ブチルカルビトール、アクリル樹脂、フタル酸ジブチルの混合物）を用いて300ポイズの粘度を有するペースト状の接合剤に調製し、このペースト状とした接合剤をカバー用プレートの一方の面の残余部分にスクリーン印刷により発熱回路用ペーストと同等の厚みで発熱回路パターンと逆のパターンで塗布して乾燥した。又、ベース用プレートの一方の面に上記ペースト状とした接合剤をスクリーン印刷により熱処理後の厚みが均一で100μmとなるように塗布して乾燥した。次いで、所定の端子等を取り付け、両プレートを一方の面同士が当接するように平行に積層し、ペースト用有機溶剤を除去するため、N₂ 雰囲気において450℃の温度で1時間かけて脱脂し、6g/m² に調整した荷重をかけ、10⁻²Torrの真空雰囲気において1600℃の温度で3時間かけて熱処理して両プレートを接合した後、カバー用プレートの他方の面に研削加工を施してカバー用プレートの一方の面と平行でその厚みを1mmとしてプレートヒーターを得た。プレートヒーターの加熱面1aの平面度は、接合後で31μm、研削加工後で10μm以下であると共に、研削加工後の発熱回路3と加熱面1aの間隔の最大値と最小値の差は、20μm（1mm±10μm）であり、加熱面温度の最大値と最小値の差は、加熱面設定温度600℃で2℃（600±1℃）となった。又、接合後のLi残量を調べるため、実施例1と同一条件で、縦40mm、横40mm、厚さ5mmのAlN焼結体を作製し、化学分析（ICP）によって測定したところ、Li量は1ppmであり、接合前のAlN焼結体にはもともと1ppmのLiが含まれていることが分かった。次いで、前記AlN焼結体を実施例1と同一条件で100μmの厚みの接合剤層を介在して接合して

接合体を得、化学分析（ICP）によって測定したところ、Li量は1.5ppmであった。従って、接合剤にLi化合物を添加しても、接合体にはほとんどLiが残存しないことが分かる。なお、実施例1でカバー用プレートの一方の面に発熱回路を形成したが、ベース用プレートの一方の面に形成してもよく、又、カバー用プレート及びベース用プレートにおけるカバー用プレートの一方の面又はベース用プレートの一方の面のいずれかに発熱回路用ペーストを発熱回路パターンで塗布し、かつ、その面の残余部分に接合剤をペースト状として塗布し乾燥した後、それらの上に前記ペースト状とした接合剤を塗布する一方、残る面に研削加工を施して平面度10μm以下とした後、両プレートを一方の面同士が当接するように平行に積層して熱処理し、接合してもよい。

比較例1

YAG粉末のみからなる接合剤を用い、N₂ 雰囲気において1900℃の温度で3時間かけて熱処理して両プレートを接合した以外は実施例1と全く同様にして、プレートヒーターを得た。プレートヒーターの加熱面の平面度は、接合後で301μm、研削加工後で10μm以下であると共に、研削加工後の発熱回路と加熱面の間隔の最大値と最小値の差は320μm（1mm±160μm）であり、加熱面温度の最大値と最小値の差は、加熱面設定温度600℃で60℃（600℃±30℃）となった。なお、発熱回路と加熱面との間隔は渦電流式膜厚計により、面内温度分布は赤外線画像装置により測定した。

【0021】図2は本発明に係るプレートヒーターの第2の実施の形態を示す要部の概念図である。このプレートヒーターは、第1の実施形態のものが、カバープレート1の一方の面に形成した発熱回路3の周辺に隙間を生じるのを防止するため、発熱回路3の周辺にもそれと同等の厚みの接合剤層4を形成しているのに対し、ベースプレート2の一方の面（図2においては上面）に発熱回路3等と係合する凹部5を形成し、発熱回路3を凹部4と係合させるようにして接合剤層4によって接合したものである。他の構成及び作用効果は、第1の実施の形態のものとほぼ同様であるので、同一の構成部材等には同一の符号を付してその説明を省略する。

【0022】上述したプレートヒーターを製造するには、先ず、第1の実施の形態のものと同様にしてカバー用プレートとベース用プレートを得た後、カバー用プレートの両面及びベース用プレートの他方の面に同様の精度の研削加工を施した。又、ベース用プレートの一方の面には、後述する発熱回路用ペースト等の塗布部と係合可能な凹部を形成し、一方の面（凹部を除く面）及び凹部の底面の平面度を10μm以下、Ra=0.65μm、Rmax=5.52μmとなるように、かつ、一方の面と凹部の底面が互いに平行となるように研削加工を施した。凹部の形成は、成形体の成形時に行うようにし

てもよい。次に、カバー用プレート的一方の面に、第1の実施の形態のものと同様にして発熱回路用ペーストを発熱回路パターンで塗布して乾燥した後、その面の残余部分に第1の実施の形態のものと同様にしてペースト状とした接合剤を塗布して乾燥し、更に、発熱回路用ペーストの上面及びその適宜周辺部に第1の実施の形態のものと同様のペースト状とした接合剤をスクリーン印刷により塗布して乾燥した。次いで、所定の端子等を取り付け、両プレートを発熱回路用ペースト等の塗布部と凹部が係合するように平行に積層し、ペースト用有機溶剤を除去するため、N₂ 雰囲気において450℃の温度で1時間かけて脱脂し、6 g/cm² に調整した荷重をかけ、第1の実施の形態のものと同じ条件で熱処理して両プレートを接合した後、同様にカバー用プレートの他方の面に研削加工を施してカバー用プレート的一方の面と平行でその厚みを1 mmとしてプレートヒーターを得た。プレートヒーターは、第1の実施の形態のものと同様の性能を示した。

【0023】なお、プレートヒーターは、上述したもの

に限らず、ベースプレートにRF電極を内蔵させるようにしてもよく、同様に製造できる。

【0024】

【発明の効果】以上説明したように、本発明のプレートヒーターとその製造方法によれば、カバープレートの加熱面の温度の最大値と最小値の差が極めて小さくなるので、極めて均一な加熱を行うことができる。

【図面の簡単な説明】

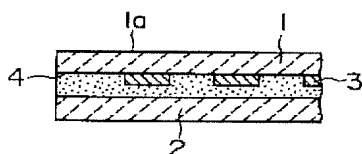
【図1】本発明に係るプレートヒーターの第1の実施の形態を示す要部の概念図である。

【図2】本発明に係るプレートヒーターの第2の実施の形態を示す要部の概念図である。

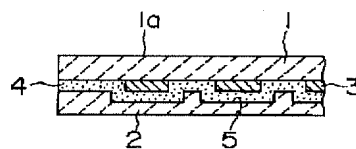
【符号の説明】

- 1 カバープレート
- 1 a 加熱面
- 2 ベースプレート
- 3 発熱回路
- 4 接合剤層
- 5 凹部

【図1】



【図2】



フロントページの続き

Fターム(参考) 3K034 AA03 AA06 AA10 AA16 AA34
 BB04 BC04 BC15 BC25 FA14
 FA33 JA01 JA10
 3K092 PP20 QA05 QB02 QB03 QB33
 QB62 QB70 QB76 RF03 RF11
 RF25 SS12 SS18 SS31 VV22

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-252045

(43)Date of publication of application : 14.09.2000

(51)Int.Cl.

H05B 3/20
H05B 3/06

(21)Application number : 11-051773

(71)Applicant : TOSHIBA CERAMICS CO LTD

(22)Date of filing : 26.02.1999

(72)Inventor : MURAMATSU SHIGEKO
AONUMA SHINICHIRO

(54) PLATE HEATER AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a plate heater capable of extremely evenly heating.

SOLUTION: In this plate heater, a cover plate 1 and a base plate 2 each having an intergranular component made of AlN sintered material of an yttrium aluminum oxide phase are joined together with a bonding agent layer 4 mainly consisting of AlN and yttrium aluminum oxide, with a heating circuit 3 interposed. A flatness of a heating surface 1a of the cover plate 1 is set to $20\text{ }\mu\text{m}$ or less, and a difference between a maximum value and minimum value of intervals between the heating circuit 3 and the heating surface 1a is set to $50\text{ }\mu\text{m}$ or less.

